Determinação de Densidade em Leite Fluido com uso do Densímetro

1 Escopo

Este documento tem como objetivo descrever os procedimentos para a determinação da densidade em líquidos através da técnica do tubo em U. É aplicável para leite em todas as suas formas de apresentação.

2 Fundamentos

A massa (*M*) e o volume (*V*) são propriedades gerais de um corpo material. Densidade absoluta (ou simplesmente densidade, *d*), ou massa específica (ρ) de um corpo homogêneo é a razão entre sua massa *M* e seu volume *V*.

$$d \ ou \ \rho = \frac{M}{V} \text{, onde } M = \rho V \text{ e } V = \frac{M}{\rho}$$

Define-se densidade relativa como a relação entre a densidade de um corpo (ρ) e a de outro definido como padrão (ρ_{pad}), geralmente água destilada à temperatura de 4ºC, cuja densidade é de 1,00000 g/mL.

$$\rho_{relat} = \frac{\rho}{\rho_{pad}}$$

Os valores de densidade e densidade relativa são grandezas extremamente dependentes da temperatura.

A oscilação do tubo-U é uma técnica para determinar a densidade de líquidos e gases, baseada na medição eletrônica da freqüência de oscilação, a partir do qual o valor de densidade é calculado. O princípio de medição é baseado no modelo de massa-mola. Os densímetros de tubo vibrante são constituídos por um tubo de vidro de boro-silicato em forma de U, que se encontra no interior de um cilindro (com parede dupla de forma a garantir o isolamento do tubo a vibrações exteriores). O densímetro possui ainda dois magnetos, uma base sólida, um contador de freqüência e uma fonte de corrente. A amostra é introduzida para o interior deste tubo e excitada de forma a vibrar na sua freqüência característica. As características da frequência mudam dependendo da densidade da amostra. Através de uma determinação precisa da característica de frequência e uma conversão matemática, a densidade da amostra pode ser medida. A densidade é calculada a partir do quociente entre o período de oscilação do tubo em U e do oscilador de referência. Em outras palavras, a densidade à 15ºC é determinada pela medida da freqüência da oscilação do tubo em U do

densímetro preenchido com a amostra, comparada com as freqüências de oscilação quando preenchido com água pura ou com padrões determinados nas mesmas condições físicas.

A densidade é calculada através do quociente do período de oscilação do tubo em U e o oscilador de referência através da fórmula:

$$densidade = K_A \times Q^2 \times f_1 - K_B \times f_2$$

Onde:

- ✓ K_A e K_B são constantes,
- ✓ Q é o quociente do período de oscilação do tubo em U dividido pelo período de oscilação do oscilador de referência,
- ✓ f_1 e f_2 são termos de correção de temperatura, viscosidade e não linearidade.

O peso específico do leite é determinado por dois grupos de substâncias: de um lado a concentração de elementos em solução e suspensão, de outro lado a porcentagem de gordura. Como a água apresenta densidade igual a 1 g/mL (a 4ºC), a gordura possui densidade abaixo deste valor, e a densidade dos sólidos não gordurosos apresenta valores superiores; a densidade final do leite é dependente do balanço desses componentes. A variação normal da densidade do leite em amostras individuais a 15ºC é de 1,023 a 1,040 g/mL, com média de 1,032 g/mL. O ensaio de densidade pode ser útil na detecção de adulteração do leite, uma vez que a adição de água causa diminuição da densidade, enquanto a retirada de gordura resulta em aumento da densidade, além de fornecer informação para a determinação do extrato seco total, juntamente com o percentual de gordura no leite.

3 Reagentes, padrões e materiais

3.1 Reagentes e padrões

1) Água destilada;

2) Solução de limpeza.

3.2 Materiais

Seringas.

4 Equipamentos

Densímetro digital por tubo em U.

5 Precauções analíticas

1) Quando a temperatura do leite estiver abaixo de 15ºC é recomendado aquecer a amostra em banho-maria entre 25-30ºC por pelo menos 15 minutos para reduzir o tempo necessário para o equilíbrio de temperatura. Este procedimento também é realizado quando a amostra tiver elevado percentual de gordura, como acontece com leite cru. A finalidade do aquecimento é facilitar a dispersão da gordura melhorando a homogeneidade da amostra.

2) Deixar a amostra dentro da câmera de leitura pelo menor tempo possível, isto é, iniciar o procedimento de medição assim que a amostra for introduzida no equipamento.

3) Introduzir a amostra no densímetro de forma constante e lenta a fim de evitar a formação de bolhas. Verificar a presença de bolhas e o completo enchimento do tubo em U antes de iniciar a medição. Se bolhas visíveis aparecerem, introduzir nova alíquota de amostra.

4) Não use seringas que contêm lubrificantes. Os lubrificantes podem dissolver-se em sua amostra e levar a um erro de medição sistemática.

6 Procedimentos

No método de rotina a densidade é determinada a 15ºC. Para maiores detalhes consulte a IU POA/46.

1) Realizar a determinação da densidade da água destilada.
2) Realizar a determinação da amostra de leite em duplicata seguindo as seguintes orientações:
   a) homogeneizar bem a amostra e encher a seringa.
   b) Introduzir cerca de 2,5 mL de amostra para o interior do densímetro.
   c) Empurrar o êmbolo da seringa, lenta e continuamente até que uma gota surja na mangueira de saída de amostras.
   d) Deixar a seringa na posição de enchimento, durante a medição.

e) Cadastrar a amostra no programa com o nº de registro laboratorial usando a identificação 1 e 2 para a diferenciação entre as alíquotas.

f) Clicar em <Start>.

g) Registrar o valor da densidade relativa. Repetir o mesmo procedimento (subitens “a” até “f”) para a segunda alíquota.

h) Para determinar a densidade de uma nova amostra, lavar a câmara do tubo em U, com no mínimo três porções do leite a ser analisado e realizar o mesmo procedimento descrito acima.

7 Resultados

Os dados brutos obtidos na análise são registrados no formulário “Dados brutos da análise de leite” – anexo do POP POA/06 e inseridos na planilha eletrônica IT POA/04 para que o resultado seja calculado automaticamente.

Como o ensaio de densidade é realizado em duplicata, o resultado é a média das duas medidas. Expressar o resultado com uma quatro casas decimais.

7. 1 Critérios para aceitação do resultado

É necessário repetir o ensaio com nova alíquota da amostra quando a diferença entre as duplicatas for maior do que 0,0010. Neste caso, repetir o ensaio com nova alíquota de amostra.

8 Arquivamento dos registros

Os formulários utilizados nesta metodologia são arquivados conforme procedimento descrito no POP POA/06 – Controle de Itens de ensaio Leite e Derivados Lácteos e IT POA/04 – Uso de Planilha Eletrônica na Revisão de Cálculos de Dados Brutos nas Análises de Leite, Derivados Lácteos, Água e Mel.

9 Referências

Manual de Instruções do equipamento Anton Paar.

10 Anexos

Anexo A – MET POA/26/01 – Tabela “Densidade da água (g/mL) X temperatura (º C)”

11 Alterações

Não aplicável.

12 Responsabilidades

É de responsabilidade do RT ou seu substituto do POA assegurar que os analistas que utilizarem este MET tenham sido treinados e capacitados para sua execução e o mesmo esteja sendo corretamente seguido.

Elaboração/Revisão:	**Aprovação:**	**Verificação:**
Rita Beatriz Andrade - POA	Tiago Charão de Oliveira - POA	Eliana Menezes - UGQ
Data: 22/04/2014	Data: 30/04/2014	Data: 06/05/2014